

中華民國經濟部智慧財產局

INTELLECTUAL PROPERTY OFFICE
MINISTRY OF ECONOMIC AFFAIRS
REPUBLIC OF CHINA

茲證明所附文件，係本局存檔中原申請案的副本，正確無訛，
其申請資料如下：

This is to certify that annexed is a true copy from the records of this
office of the application, as originally filed which is identified hereunder:

申請日：西元 2003 年 08 月 28 日
Application Date

申請案號：092123728
Application No.

申請人：財團法人工業技術研究院
Applicant(s)

局長
Director General

蔡練生

發文日期：西元 2003 年 10 月 7 日
Issue Date

發文字號：03221007500
Serial No.

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：

※ 申請日期：

※IPC 分類：

壹、發明名稱：(中文/英文)

真空昇華設備及其方法/Apparatus and Process for Vacuum Sublimation

貳、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

財團法人工業技術研究院/Industrial Technology Research Institute

代表人：(中文/英文) 翁政義/Cheng-I Weng

住居所或營業所地址：(中文/英文)

新竹縣竹東鎮中興路四段 195 號/ No.195, Sec.4, Chung Hsin Rd., Chu Tung Town, Hsin Chu Hsien, Taiwan, R.O.C.

國籍：(中文/英文) 中華民國/R. O. C.

參、發明人：(共 7 人)

姓名：(中文/英文)

1.張學明/Jang Shyue-Ming

2.楊勝/Yang Sheng

3.劉邦一/Liou Bang-I

4.陳俊鎰/Chen Jun-Yi

5.簡龍舜/Jean Long-Shuenn

6.蔡春德/Tsai Chun-Te

7.黃秋統/Huang Chiu-Tung

住居所地址：(中文/英文)

1.新竹市光復路二段 321 號/No.321, Sec. 2, Guangfu Rd., Hsinchu City, Taiwan.
R.O.C.

2.新竹市光復路二段 321 號/No.321, Sec. 2, Guangfu Rd., Hsinchu City, Taiwan.
R.O.C.

3.新竹市光復路二段 321 號/No.321, Sec. 2, Guangfu Rd., Hsinchu City, Taiwan.
R.O.C.

4.新竹市民生路 232 號/No.232, Minsheng Rd., Hsinchu City, Taiwan R.O.C.

5.嘉義縣大林鎮內林里 4 鄰 8 號/No. 8, Neilin Borough, Dalin Township, Chiayi
County, Taiwan R.O.C.

6.新竹市東園里 99 號/No. 99, Tongyuan Borough, Chiayi County, Taiwan R.O.C.

7.新竹市東光路 42 巷 1 號/No. 1, Lane 42, Dongguang Rd., Hsinchu City, Taiwan
R.O.C.

國 籍：（中文/英文）

1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 皆中華民國/R. O. C.

肆、聲明事項：

☐ 本案係符合專利法第二十條第一項 ☐ 第一款但書或 ☐ 第二款但書規定之期間，其日期為： 年 月 日。

◎本案申請前已向下列國家（地區）申請專利 ☐ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

3.

4.

5.

☐ 主張國內優先權（專利法第二十五條之一）：

【格式請依：申請日；申請案號數 順序註記】

1.

2.

☐ 主張專利法第二十六條微生物：

☐ 國內微生物 【格式請依：寄存機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 國外微生物 【格式請依：寄存國名；機構；日期；號碼 順序註記】

☐ 熟習該項技術者易於獲得，不須寄存。

伍、中文發明摘要：

本發明係提供垂直式及水平式兩種高效能真空昇華設備及其方法，較佳係適用於高熔點低蒸氣壓材料。該垂直式昇華純化設備主要係包含：昇華管柱主體、原料支架、加熱蒸發裝置、冷凝裝置、保溫裝置及成品刮落裝置；該水平式昇華純化設備主要係包含：昇華管柱主體、原料載體、加熱蒸發裝置、兩端尾管等，本發明之設備適合大量製備高純度之化學品，可昇華純化包括 AlQ_3 、NPB 及 CuPc 等高熔點低蒸氣壓之 OLED 發光層材料，且此兩種昇華設備皆在昇華管柱主體與真空系統間裝設一高效能之蒸氣收集裝置，未凝結之游離蒸氣被低溫冷凝收集，使真空泵浦不受污染，能長期使用不需清理。

陸、英文發明摘要：

The present invention provides a vertical and a horizontal vacuum sublimation apparatuses with high efficiency and processes thereof, especially for the materials having high melting point and low vapor pressure. The vertical sublimation purification apparatus comprises a sublimation channel body, a material rack, a heating evaporation device, a condensation device, an incubating device and a product scratching device. The horizontal sublimation purification apparatus comprises a sublimation channel body, a material carrier, a heating evaporation device and two end pipes. The apparatuses of the present invention can be applied on high purity chemicals from mass production, and are capable of sublimating and purifying OLED illumination layer materials including AlQ_3 , NPB and CuPc which have high melt temperatures and low vapor pressure. In addition, a high efficiency vapor collection device disposed between the sublimation channel body and the vacuum system is provided by the two sublimation apparatuses, such that uncondensed and ionized vapor is condensed and collected via low temperature, thus preventing the vacuum pump from being contaminated, so that the vacuum pump can be put to long-term use without being necessary to clean.

柒、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 一 ）圖。

(二)本代表圖之元件代表符號簡單說明：

- 1---昇華管柱主體
- 2---原料支架
- 3---加熱蒸發裝置
- 4---蒸發管
- 5---冷凝裝置
- 6---蒸氣通道保溫裝置
- 7---成品保溫裝置
- 8---成品刮落裝置
- 9---斷熱裝置
- 10---密封蓋
- 11---真空抽氣口
- 91---成品凝結區
- 92---成品儲存槽
- 100---垂直式昇華純化設備

捌、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無

玖、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於垂直式及水平式兩種高效能真空昇華設備及其方法，適合大量製備高純度之化學品。

【先前技術】

隨著資訊電子業日益發達，對電子元件品質之要求也愈來愈高，而影響元件品質之因素又以其所使用之化學品純度最為關鍵，部份化學品由於熔點高於分解溫度，因此無法以蒸餾法加以純化。昇華純化法為一種獲得高純度化學品之方法，可純化高熔點且具有昇華特性之化學物質，基於這類物質之昇華特性，而以高真空加熱昇華進行純化，昇華過程隔絕污染物進入，在嚴格控制之操作條件下，可得到純度極高之產品以製造高品質之電子元件。有機發光二極體(OLED)元件之製造必需使用一些發光層原料，例如：電子傳導層之材料：三(8-羥基喹啉)鋁 (Aluminum Tri(8-HydroxyQuinolate)，簡稱 AlQ_3)、電洞發射層材料：銅鈦花青 (Copper Phthalocyanine，簡稱 CuPc) 及電洞傳導層材料：N,N'-雙苯基-N,N'-雙(1-萘基)-聯苯胺 (N,N'-bisphenyl-N,N'-bis(1-naphthyl)-benzidine，簡稱 NPB) 等，由於此類化學品之熔點大多高於分解溫度，因此無法使用一般蒸餾法純化，而基於其具有昇華之特性，因此以真空昇華法純化可獲得高純度之產品，用於製造對原料純度要求極高之電子元件。

早期使用惰性氣體帶動昇華蒸氣，雖可降低系統真空度需求，但昇華原料中所含不昇華之殘料，其視密度極低，容易隨惰性氣體漂流，使產品受此漂流物污染，故需設計高真空系統。此外有些原料，如 CuPc，其蒸

氣壓極低，故系統真空度需達 10^{-6} mbar，溫度則需高達 600°C ，否則無法使其蒸發，若系統壓力太高，則昇華所蒸發之氣體與系統中殘餘空氣相撞，將使昇華物落回蒸發槽，而形成局部蒸發冷凝循環，導致產品難以輸出。近年來隨著此類化學品需求量的擴大，小量純化設備所生產之原料，各批次間品質參差不齊且製程產能已不符需求，因此極需設計可用於大量生產之真空昇華純化設備。

現有專利文獻中所揭示之方法多偏重於促進昇華速率，而未顧及產品純度，也未考慮大量生產時所需之操作便利性。在 OLED 原料生產程序中，原料純度是製程成功之主要關鍵，如何獲得高純度之昇華產品，並可大量操作，是此類設備之一大挑戰。

日本 ULVAC JAPAN 公司擁有之 JP10158820 專利，其設備可用於純化 AlQ3 及 N,N'-雙苯基-N,N'-雙(3-甲基苯基)-聯苯胺 (N,N'-bisphenyl-N,N'-bis(3-methylphenyl)-benzidine，簡稱 TPD) 等光電化學材料，其主要設計為以惰性氣體充當導熱介質，以提升加熱之均勻度與速率，但此方法易使產品受漂流之雜質污染且無法達到高真空度，不適合純化低蒸氣壓之化學品，如 CuPc。此外，美國 Micron Semiconductor 公司擁有之美國 US5,377,429 專利，揭示一種昇華裝置用於純化半導體業之有機金屬化學品如：四-二甲基-胺鈦 (tetrakis-dimethyl-amino titanium[$\text{Ti}(\text{N}(\text{CH}_3)_2)_4$]，簡稱 TDMAT)，此裝置蒸發與凝結同於一立式槽中進行，原料置於底部混合陶瓷珠充當導熱材料，昇華槽以攪拌裝置增加傳熱面積，蒸汽上升凝結於槽壁上方，昇華完成後再將成品刮下，此方法在攪拌增加傳熱時，原料易濺起污染產品，產品收集也不方便。日本新日鐵化學公司擁有之日本 JP200093701 之昇華設備專利，此設備用於純化 AlQ3 等光電化學材料，其為一種蒸發與凝結裝置分開之昇華裝置，並以感應加熱方式分別控制溫度，此方法加熱效率差，無法達到高溫昇華之需

求(500°C)，不適合放大生產。德國 Leybold-Heraeus GmbH 公司擁有之美國 US4,407,488 專利，其未指明設備適合用於純化何種產品，內容揭示一種附有多組蒸發盤之昇華系統，在真空狀態下利用盤邊吸取熱量導入盤面，使盤面上薄層待昇華原料受熱蒸發，此種加熱法易產生盤面溫度不均勻之現象，產物純度不易提升。

【發明內容】

為解決上述習知有關昇華純化技術之缺點，本發明之目的係提供垂直式及水平式之真空昇華設備及其方法，較佳係適用於高熔點低蒸氣壓材料，適合大量製備純度高之化學品，並可解決習知技術之問題。

本發明之目的係提供一種垂直式昇華設備，主要包含：一昇華管柱主體；一原料支架，係用於放置欲蒸發之原料；一加熱蒸發裝置，係包覆蒸發管之周圍，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；一冷凝裝置，係包覆於前述昇華管柱主體之上端，可控制不同蒸發物質所需之冷凝溫度；一保溫裝置，係用於保持蒸氣通道及成品溫度；及成品刮落裝置。

其中前述原料支架之結構主要包含：複數根橫桿及固定環，該複數根橫桿係藉由兩個固定環固定。該原料支架係置於蒸發管中，用以放置欲蒸發之原料。

其中前述保溫裝置包含：蒸氣通道保溫裝置及成品保溫裝置，其中蒸氣通道保溫裝置係包覆於蒸氣通道之出口處，以保持昇華蒸氣之溫度，使該蒸氣不斷往外輸出至昇華管柱主體。其中成品保溫裝置係包覆於昇華管柱主體之下端，以避免部分昇華蒸氣在此處累積。

其中前述成品刮落裝置主要包含：中心軸，係用於上下移動及/或旋轉該成品刮落裝置、固定環、中心支架及鋸齒，其中該鋸齒係設置於中心支架之下端之固定環之圓周處，係用於刮落凝結於昇華管柱主體管壁之成品。

其中前述昇華管柱主體之下端係形成一成品儲存槽，當凝結後之成品被成品刮落裝置刮落後即可落於成品儲存槽中收集。

其中前述垂直式昇華設備，進一步包含斷熱裝置，係以石英棉製成，係置於前述昇華管柱主體兩端及蒸發管中遠離昇華管柱主體之一端，係用於使昇華設備內部保持一定之溫度。

其中前述垂直式昇華設備，進一步包含密封蓋，係置於各放置有斷熱裝置之管柱末端，並以 O 型環鎖住以防止真空洩漏。

本發明之另一目的係提供一種水平式昇華設備，主要包含：一昇華管柱主體；一原料載體，係置於前述昇華管柱主體中，用於放置欲蒸發之原料；一加熱蒸發裝置，係包覆前述昇華管柱主體，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；一尾管，係分別裝設於前述昇華管柱主體之兩端，其中一端之尾管用於連接真空抽氣系統，另一端之尾管係為封閉狀態；及一管端密封裝置，係用於連接前述昇華管主體之兩端與前述兩端尾管，使昇華管柱主體達到一極佳之密閉性。

其中前述原料載體係可為船型、槽型、圓盤型等任何可放置原料之載體形狀皆可，並無特別之限制。

其中前述管端密封裝置係為螺帽，當連接昇華管柱主體及兩端尾管時，係將該螺帽搭配 O 型環旋轉銜接昇華管柱主體之兩端之螺紋，可以迫緊產生極佳之密閉性。

本發明之另一目的係提供一高效能之蒸氣收集裝置，係裝設於前述兩種昇華設備之昇華管柱主體與真空系統間，將未凝結之游離蒸氣被低溫冷凝收集，使真空泵浦不受污染，能長期使用不需清理。

其中前述之蒸氣收集裝置，主要包含：一收集瓶，其內部填充鋼絲，用以增加蒸氣受冷之面積；一進氣管，係用於連接前述昇華真空設備，使

游離蒸氣導入收集瓶中；及一抽氣管，係用於連接真空抽氣系統。

本發明之再一目的係提供一種真空昇華純化方法，係用於前述垂直式昇華純化設備，該方法包含下列步驟：將原料置於原料支架上；開啟真空裝置抽真空；開啟蒸發加熱裝置，使溫度達到原料昇華溫度；開啟各保溫裝置，保持冷凝溫度；蒸發過程中每隔一段時間進行成品之刮除收集；及蒸發完全後降溫，將成品由成品儲存槽中取出。

本發明之另一目的係提供一種真空昇華純化方法，係用於前述水平式昇華純化設備，該方法包含下列步驟：將原料置於原料載體中；將原料載體置於昇華管柱主體中心；兩端尾管旋緊密閉；開啟真空裝置抽真空；開啟加熱蒸發裝置，控制昇華管柱中心及兩端之溫度；及蒸發完全後降溫破真空，將成品刮出收集。

本發明之垂直式或水平式昇華設備，當用於純化 AlQ_3 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度 $350\sim 450^\circ\text{C}$ ，較佳蒸發溫度為 $370\sim 400^\circ\text{C}$ 。冷凝溫度 $250\sim 350^\circ\text{C}$ ，較佳冷凝溫度為 $270\sim 320^\circ\text{C}$ ，蒸發溫度較凝結溫度高 $50\sim 100^\circ\text{C}$ 。系統壓力為 $1\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ ，較佳系統壓力為 $0.3\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ 。

本發明之垂直式或水平式昇華設備，當用於純化 NPB 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度 $250\sim 350^\circ\text{C}$ ，較佳蒸發溫度為 $270\sim 300^\circ\text{C}$ 。冷凝溫度 $150\sim 250^\circ\text{C}$ ，較佳冷凝溫度為 $170\sim 220^\circ\text{C}$ ，蒸發溫度較凝結溫度高 $30\sim 80^\circ\text{C}$ 。系統壓力為 $0.1\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ ，較佳系統壓力為 $0.03\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ 。

本發明之垂直式或水平式昇華設備，當用於純化 CuPc 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度 $500\sim 650^\circ\text{C}$ ，較佳蒸發溫度為 $550\sim 600^\circ\text{C}$ 。冷凝溫度 $400\sim 500^\circ\text{C}$ ，較佳冷凝溫度為 $430\sim 480^\circ\text{C}$ ，蒸發溫度較凝結溫度高 $50\sim 100^\circ\text{C}$ 。系統壓力為 $0.1\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ ，較佳系統壓力為 $0.03\sim 1 \times 10^{-6}\text{mbar}$ 。

其中前述無論垂直式或水平式之昇華設備之真空昇華純化方法，其皆

可待原料完全昇華純化後再破真空取出原料。

本發明之目的在建立可進行量產之高效能真空加熱昇華設備，昇華溫度可達 600°C ，系統真空度可達 10^{-6} mbar，加熱昇華及冷凝溫度皆能調整控制，以生產高純度產品。本發明之設備之熱傳導性及真空度皆能保持小型設備之水準，而其操作之便利性及持續性則能符合量產之需求，並且能維持產品應有之純度，能進行商業運轉生產大量高純度之產品。

【實施方式】

本發明之垂直式昇華設備 100，如第一圖所示，該設備主要包含：一昇華管柱主體 1，係以石英玻璃製成之空心圓柱體，可耐高溫及耐腐蝕；一原料支架 2，係用於放置欲蒸發之原料；一加熱蒸發裝置 3，係包覆蒸發管 4 之周圍，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；一冷凝裝置 5，係包覆於前述昇華管柱主體 1 之上端，可控制不同蒸發物質所需之冷凝溫度，以達到高純度之要求；保溫裝置 6、7，係包含：蒸氣通道保溫裝置 6 及成品保溫裝置 7，其中蒸氣通道保溫裝置 6 係包覆於蒸氣通道（圖未顯示）之出口處，以保持昇華蒸氣之溫度，使該蒸氣不斷往外輸出至昇華管柱主體 1。其中成品保溫裝置 7 係包覆於昇華管柱主體 1 之下端，以避免部分昇華蒸氣在此處累積；及一成品刮落裝置 8。

其中前述垂直式昇華設備 100，進一步包含斷熱裝置 9，係以石英棉填入昇華管柱主體 1 之 b、c 兩端以及蒸發管 4 之 a 端而製成，並以抽氣封口，使昇華設備內部壓力達到 10^{-6} mbar 以下之真空狀態。其中前述垂直式昇華純化設備，進一步包含密封蓋 10，係置於各放置有斷熱裝置 9 之 a、b、c 三個管柱末端，並以 O 型環（圖未顯示）鎖住以防止真空洩漏。本發明之垂直式昇華純化設備 100 係藉由連接於昇華管柱主體 1 之真空抽氣口 11 抽

氣，以達到適當之真空狀態。

其中前述之原料支架 2 之詳細構造如第二 A 圖所示，第二 B 圖係為第二 A 圖沿著 A-A 線之剖面圖，該原料支架 2 包含：複數根橫桿 21 及固定環 22，該複數根橫桿 21 係藉由兩個固定環 22 固定。該原料支架 2 係置於蒸發管 4 中，用以支撐欲蒸法之原料。將原料由第一圖中 a 端管口置入原料支架 2 與蒸發管 4 之間之空隙中，控制加熱蒸發裝置 3 之溫度使原料受熱蒸發，蒸氣擴散至成品凝結區 91（即昇華管柱主體 1 之上端），在冷凝裝置 5 之控溫下，昇華蒸氣凝結於管壁。當凝結料厚度超過某限度後，由於凝結料散熱不良，溫度便無法降至凝結點，因此每隔一段時間需啟動成品刮落裝置 8，利用旋轉與向下推動之操作，即可將附著於凝結區 91 表面之昇華成品刮落並推入成品儲存槽 92 中，其中前述昇華管柱主體 1 之下端係形成一成品儲存槽 92。在不破真空之情況下，重覆刮除凝結成品之操作，直到原料支架 2 內之原料全部昇華完全，然後破真空，開啟昇華管柱主體 1 之 b 端管口，即可取得大量之高純度成品。

其中前述成品刮落裝置 8 之結構如第三 A 圖所示，第三 B 圖係為第三 A 圖沿著 A-A 線之剖面圖，該成品刮落裝置 8 係包含：一中心軸 81，係用於上下移動及/或旋轉該成品刮落裝置 8；兩個固定環 82；中心支架 83，係由兩片狀玻璃交叉組成；及鋸齒 84，其中該鋸齒 84 係設置於中心支架 83 之下端之固定環 82 之圓周處，係用於刮落凝結於昇華管柱主體 1 管壁之成品。

本發明之水平式昇華設備 200 如第四圖所示，主要包含：一昇華管

柱主體 30；一原料載體 31，係置於前述昇華管柱主體 30 中，用於放置欲蒸發之原料；一加熱蒸發裝置 32，係包覆前述昇華管柱主體 30，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；一尾管 33、34，係分別裝設於前述昇華管柱主體 30 之兩端，其中尾管 34 係用於連接真空抽氣系統，另尾管 33 係為封閉狀態；及一管端密封裝置 35，係用於連接前述昇華管主體 30 之兩端與前述兩端尾管 33、34，使昇華管柱主體 30 達到一極佳之密閉性。

第五圖係顯示前述昇華管柱主體 30、兩端尾管 33、34、管端密封裝置 35 之元件分解圖，其中前述管端密封裝置 35 當連接昇華管柱主體 30 及兩端尾管 33、34 時，係將該螺帽搭配 O 型環旋轉銜接昇華管柱主體 30 兩端之螺紋 36，可以迫緊產生極佳之密閉性。

其中前述原料載體 31 之構造如第六圖所示，將原料置於船型載體中並置入昇華管柱主體 30 中心，將兩端旋緊後由抽氣端之尾管 34 連接至真空系統抽真空，將加熱蒸發裝置 32 關閉鎖緊後開始控溫加熱。原料受熱昇華後往昇華管柱主體 30 兩端擴散並凝結於較低溫區，待原料全部昇華後降溫破真空並以刮杓將成品取出。

本發明之蒸氣收集裝置 40 如第七圖所示，係包含：一收集瓶 41，其內部填充鋼絲 42，用以增加蒸氣受冷之面積以提高收集效率；一進氣管 43，係以螺帽 45 配合 O 型環旋轉迫緊，係用於連接前述昇華真空設備，使游離蒸氣導入收集瓶 41 中；及一抽氣管 44，係用於連接真空抽氣系統。該蒸氣收集裝置 40，係裝設於前述兩種昇華設備之昇華管柱主體與真空系統間，將未凝結之游離蒸氣被低溫冷凝收集（即是將該蒸氣收集裝置 40 浸泡於液

態氮筒中)，使真空泵浦不受污染，能長期使用不需清理。

其中前述蒸氣收集裝置 40 係可視需要選擇性地加裝於本發明之昇華設備與真空系統中，並不一定要裝設。但由於保護真空系統係為重要之課題，較佳之狀況係加裝此一蒸氣收集裝置，避免自昇華管柱主體外溢之蒸氣污染真空系統。

本發明之再一目的係提供一種真空昇華純化方法，係用於前述垂直式昇華設備，該方法包含下列步驟：將原料置於原料支架上，開啟真空裝置抽真空，之後再開啟蒸發加熱裝置，使溫度達到原料昇華溫度，同時開啟各保溫裝置，例如：蒸氣通道保溫裝置及成品保溫裝置，以保持冷凝溫度，此外，由於蒸氣愈冷會凝結於昇華管柱主體之管壁上，當凝結料厚度超過某限度後，由於凝結料散熱不良，溫度便無法降至凝結點蒸發過程中，因此，每隔一段時間進行成品之刮除收集，待所有原料蒸發完全後即可降溫破真空，將成品由成品儲存槽中取出，以獲得高度純化之成品。

本發明之另一目的係提供一種真空昇華純化方法，係用於前述水平式昇華設備，該方法包含下列步驟：將原料置於原料載體中，再將原料載體置於昇華管柱主體中心，之後將兩端尾管旋緊密閉，開啟真空裝置抽真空，再開啟加熱蒸發裝置，控制昇華管柱中心及兩端之溫度，待原料蒸發完全後降溫破真空，將成品刮出收集，以獲得高度純化之成品。

以下實施例係用於進一步了解本發明之優點，並非用於限制本發明之申請專利範圍。

實施例 1

將 250 克 AlQ_3 置於垂直式昇華純化設備之蒸發區中，封閉管端密封蓋，抽真空至 $3.2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$ ，將加熱蒸發裝置加熱控溫於 350°C ，將冷凝裝置控溫於 160°C ，蒸氣通道保溫裝置控溫於 330°C ，成品保溫裝置控溫於

120°C。昇華凝結過程中每隔一段時間，啟動成品刮落裝置一次。待昇華完成時，壓力下降至開始前之數值，關閉各加熱蒸發裝置與保溫裝置，待冷卻後取出成品 170.5g，昇華收率 68.2%，清除殘渣 79.1g。

實施例 2

將 NPB 200 克置於水平式昇華設備之船型原料載體中，放入昇華管柱主體中心，將兩端尾管旋緊密閉，由抽氣端尾管連接至真空系統抽真空至 4.5×10^{-6} mbar，將加熱蒸發裝置中心溫度加熱控溫於 330°C，外端控溫於 120°C，經過 3 小時昇華完成取出成品 147.0g，昇華收率 73.5%，清除殘渣 52.4g。

實施例 3

將 CuPc 330 克置於水平式昇華設備之船型原料載體中，放入昇華管柱主體中心，將兩端尾管旋緊密閉，由抽氣端尾管連接至真空系統抽真空至 9.2×10^{-6} mbar，將加熱蒸發裝置之中心溫度加熱控溫於 600°C，外端控溫於 300°C，昇華完成取出成品 241.8g，殘渣 84.7g，昇華收率 73.2%。

綜上所述，本發明之昇華純化設備及方法，相較於習知之昇華純化之設備及技術，具有更便利之操作方法，且由於其設備之改良能符合量產之需求，並且能維持產品應有之純度，能進行商業運轉生產大量高純度之產品。

雖然本發明已以較佳實施例揭露如上，然其並非用以限定本發明，任何熟悉此技藝者，在不脫離本發明之精神和範圍內，當可作各種之更動與潤飾，因此，本發明之保護範圍，當視後附之申請專利範圍所界定者為準。

【圖式簡單說明】

第一圖係顯示本發明垂直式昇華設備之示意圖。

第二 A 圖係顯示本發明之原料支架之側視示意圖。

第二 B 圖係顯示本發明之原料支架沿第二 A 圖 A-A 剖面線之剖面示意圖。

第三 A 圖係顯示本發明之成品刮落裝置側視示意圖。

第三 B 圖係顯示本發明之成品刮落裝置沿第三 A 圖 A-A 剖面線之剖面示意圖。

第四圖係顯示本發明水平式昇華設備之示意圖。

第五圖係顯示本發明水平式昇華設備中昇華管柱主體、兩端尾管及管端密封裝置分解示意圖。

第六圖係顯示本發明原料載體之立體示意圖。

第七圖係顯示本發明蒸氣收集裝置示意圖。

【主要元件符號對照說明】

1---昇華管柱主體

2---原料支架

3---加熱蒸發裝置

4---蒸發管

5---冷凝裝置

6---蒸氣通道保溫裝置

7---成品保溫裝置

8---成品刮落裝置

9---斷熱裝置

10---密封蓋

11---真空抽氣口
21---橫桿
22---固定環
30---昇華管柱主體
31---原料載體
32---加熱蒸發裝置
33、34---尾管
35---管端密封裝置
36---螺紋
40---蒸氣收集裝置
41---收集瓶
42---鋼絲
43---進氣管
44---抽氣管
45---螺帽
81---中心軸
82---固定環
83---中心支架
84---鋸齒
91---成品凝結區
92---成品儲存槽

100---垂直式昇華設備

200---水平式昇華設備

拾、申請專利範圍：

1.一種垂直式昇華設備，包含：

- 一昇華管柱主體；
- 一原料支架，係用於放置欲蒸發之原料；
- 一加熱蒸發裝置，係包覆蒸發管之周圍，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；
- 一冷凝裝置，係包覆於前述昇華管柱主體之上端，可控制不同蒸發物質所需之冷凝溫度；
- 一保溫裝置，係用於保持蒸氣通道及成品溫度；及
- 成品刮落裝置。

2.如申請專利範圍第1項所述之垂直式昇華設備，其中前述原料支架之結構主要包含：複數根橫桿及固定環，該複數根橫桿係藉由兩個固定環固定，且該原料支架係置於前述蒸發管中，用以放置欲蒸發之原料。

3.如申請專利範圍第1項所述之垂直式昇華設備，其中前述保溫裝置包含：蒸氣通道保溫裝置及成品保溫裝置，其中蒸氣通道保溫裝置係包覆於蒸氣通道之出口處，以保持昇華蒸氣之溫度，使該蒸氣不斷往外輸出至昇華管柱主體。

4. 如申請專利範圍第3項所述之垂直式昇華設備，其中前述成品保溫裝置係包覆於前述昇華管柱主體之下端，以避免部分昇華蒸氣在此處累積。

5.如申請專利範圍第1項所述之垂直式昇華設備，其中前述成品刮落裝置主要包含：中心軸，係用於上下移動及/或旋轉該成品刮落裝置、固定環、中心支架及鋸齒。

6. 如申請專利範圍第5項所述之垂直式昇華設備，其中前述鋸齒係設

置於中心支架之下端之固定環之圓周處，係用於刮落凝結於昇華管柱主體管壁之成品。

7.如申請專利範圍第 1 項所述之垂直式昇華設備，其中前述昇華管柱主體之下端係形成一成品儲存槽，當凝結後之成品被成品刮落裝置刮落後即可落於成品儲存槽中收集。

8.如申請專利範圍第 1 項所述之垂直式昇華設備，係進一步包含斷熱裝置，其係以石英棉製成，置於前述昇華管柱主體兩端及蒸發管中遠離昇華管柱主體之一端，係用於使昇華設備內部保持一定之溫度。

9.如申請專利範圍第 1 項所述之垂直式昇華設備，係進一步包含密封蓋，係置於各放置有斷熱裝置之管柱末端，並以 O 型環鎖住以防止真空洩漏。

10. 一種水平式昇華設備，包含：

一昇華管柱主體；

一原料載體，係置於前述昇華管柱主體中，用於放置欲蒸發之原料；

一加熱蒸發裝置，係包覆前述昇華管柱主體，可依不同蒸發物質控制加熱溫度使原料蒸發；

一尾管，係分別裝設於前述昇華管柱主體之兩端，其中一端之尾管用於連接真空抽氣系統，另一端之尾管係為封閉狀態；及

一管端密封裝置，係用於連接前述昇華管主體之兩端與前述兩端尾管，使昇華管柱主體達到一極佳之密閉性。

11.如申請專利範圍第 10 項所述之水平式昇華設備，其中前述原料載體係可為船型、槽型、圓盤型等任何可放置原料之載體形狀皆可。

12.如申請專利範圍第 10 項所述之水平式昇華設備，其中前述管端密封裝置係為螺帽。

13. 一種蒸氣收集裝置，包含：

一收集瓶，其內部填充鋼絲，用以增加蒸氣受冷之面積；

一進氣管，係用於連接前述昇華真空純化設備，使游離蒸氣導入收集瓶中；及

一抽氣管，係用於連接真空抽氣系統。

14.如申請專利範圍第 13 項所述之蒸氣收集裝置，其係裝設於前述昇華管柱主體與真空系統間，將未凝結之游離蒸氣被低溫冷凝收集，使真空泵浦不受污染。

15. 一種真空昇華純化方法，係用於申請專利範圍第 1 項所述之垂直式昇華純化設備，該方法包含下列步驟：

將原料置於原料支架上；

開啟真空裝置抽真空；

開啟蒸發加熱裝置，使溫度達到原料昇華溫度；

開啟各保溫裝置，保持冷凝溫度；

蒸發過程中每隔一段時間進行成品之刮除收集；及

蒸發完全後降溫，將成品由成品儲存槽中取出。

16. 如申請專利範圍第 15 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 AlQ_3 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 $350\sim 450^{\circ}C$ ，冷凝溫度為 $250\sim 350^{\circ}C$ ，蒸發溫度較凝結溫度高 $50\sim 100^{\circ}C$ ，系統壓力為 $1\sim 1 \times 10^{-6}mbar$ 。

17. 如申請專利範圍第 15 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 NPB

時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 250~350°C，冷凝溫度為 150~250°C，蒸發溫度較凝結溫度高 30~80°C，系統壓力為 $0.1 \sim 1 \times 10^{-6}$ mbar。

18. 如申請專利範圍第 15 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 CuPc 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 500~650°C，冷凝溫度為 400~500°C，蒸發溫度較凝結溫度高 50~100°C，系統壓力為 $0.1 \sim 1 \times 10^{-6}$ mbar。

19. 一種真空昇華純化方法，係用於申請專利範圍第 10 項所述之水平式昇華設備，該方法包含下列步驟：

將原料置於原料載體中；

將原料載體置於昇華管柱主體中心；

兩端尾管旋緊密閉；

開啟真空裝置抽真空；

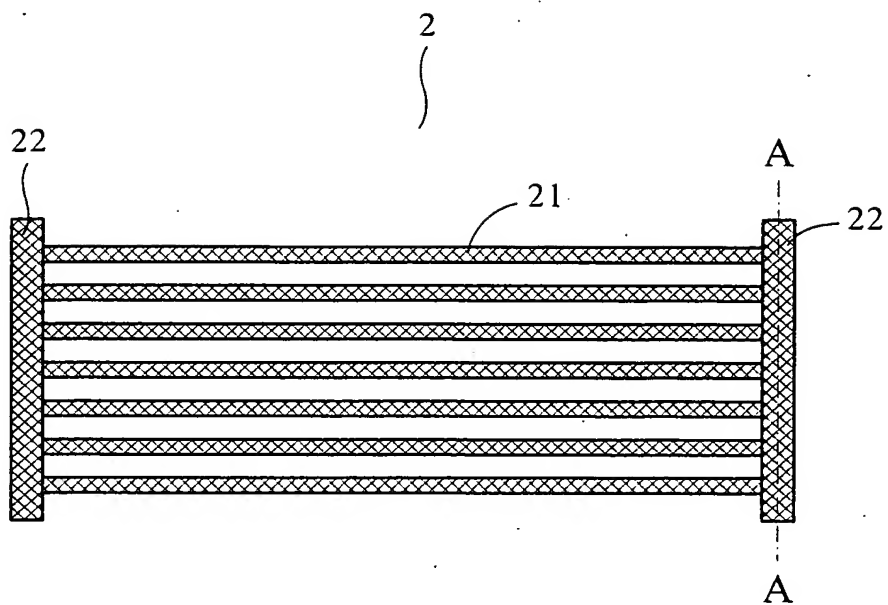
開啟加熱蒸發裝置，控制昇華管柱中心及兩端之溫度；及

蒸發完全後降溫破真空，將成品刮出收集。。

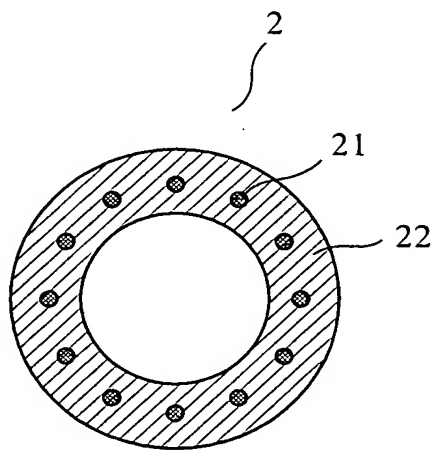
20. 如申請專利範圍第 16 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 AlQ_3 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 350~450°C，冷凝溫度為 250~350°C，蒸發溫度較凝結溫度高 50~100°C，系統壓力為 $1 \sim 1 \times 10^{-6}$ mbar。

21. 如申請專利範圍第 16 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 NPB 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 250~350°C，冷凝溫度為 150~250°C，蒸發溫度較凝結溫度高 30~80°C，系統壓力為 $0.1 \sim 1 \times 10^{-6}$ mbar。

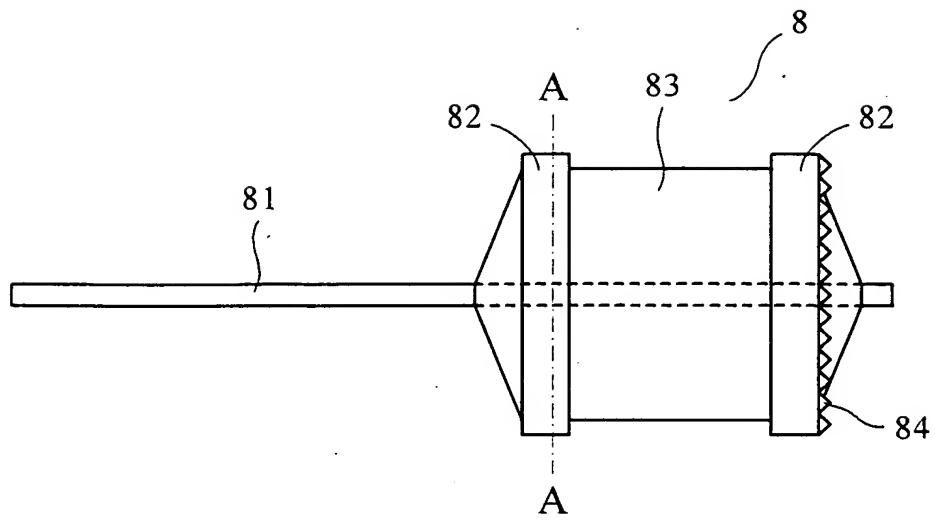
22. 如申請專利範圍第 16 項所述之真空昇華純化方法，當用於純化 CuPc 時之昇華純化之條件為：蒸發溫度為 500~650°C，冷凝溫度為 400~500°C，蒸發溫度較凝結溫度高 50~100°C，系統壓力為 $0.1 \sim 1 \times 10^{-6}$ mbar。



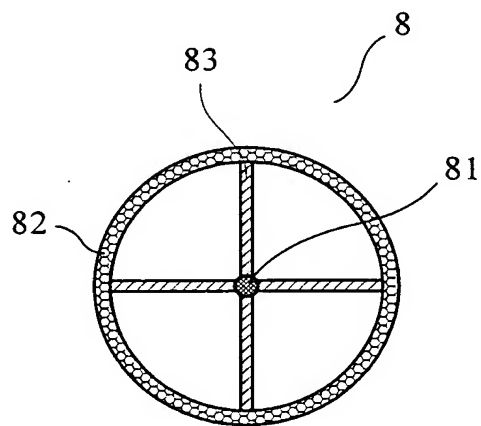
第二A圖



第二B圖

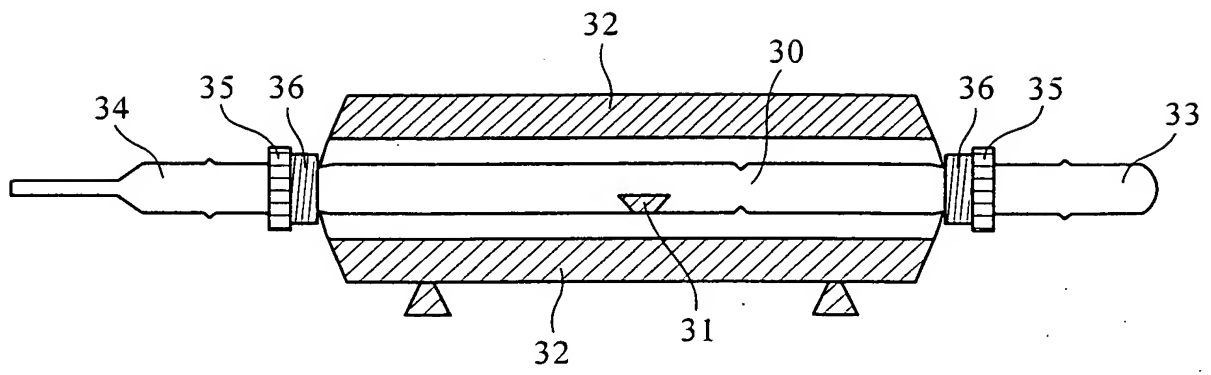


第三A圖

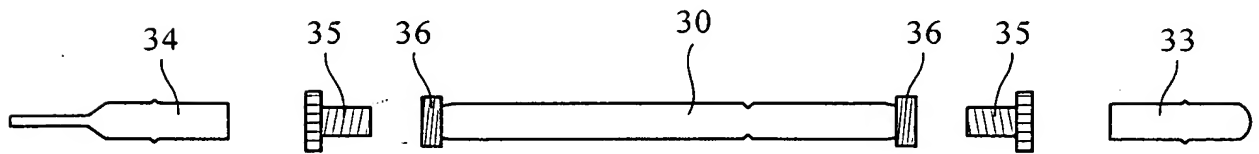


第三B圖

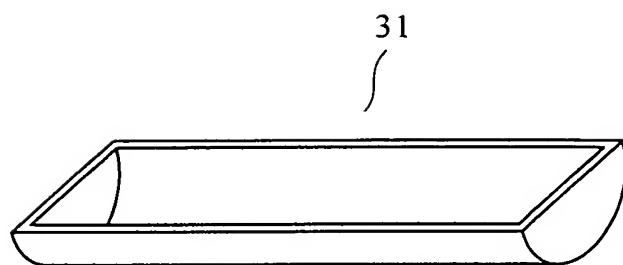
200



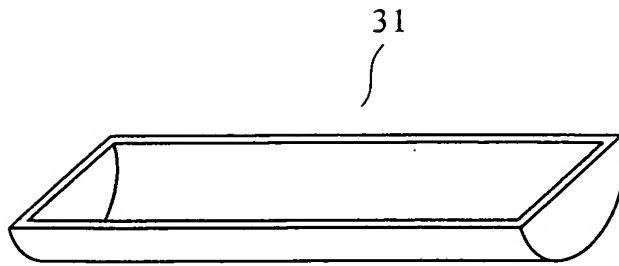
第四圖



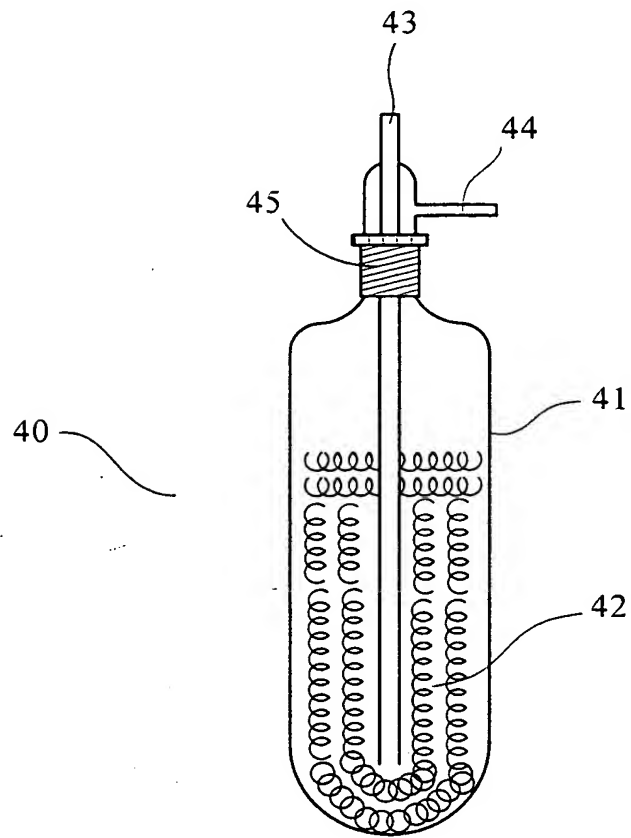
第五圖



第六圖



第六圖



第七圖